

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-054306  
 (43)Date of publication of application : 26.02.1999

(51)Int.CI. H01F 1/053  
 C22C 38/00  
 H01F 1/08

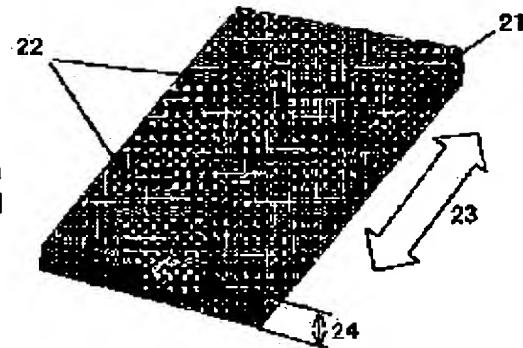
(21)Application number : 09-206846 (71)Applicant : SEIKO EPSON CORP  
 (22)Date of filing : 31.07.1997 (72)Inventor : ARAI SEI  
 KATO HIROSHI

## (54) MAGNET ALLOY THIN STRIP AND RESIN BINDING BONDED MAGNET

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an alloy thin strip with superior magnet characteristics by holding area ratio occupied by a dimple-like concavity after solidifying within specified limits, the dimple-like concavity which is dependent on a face on which a magnet alloy thin strip is in contact with a roll in solidifying.

SOLUTION: In a magnet alloy thin strip obtained by spraying R-TM-B based alloy molten metal (where R is a rare-earth element primarily including Nd and Pr, and TM is a transition metal) on a rotating metallic roll to rapidly solidify the alloy molten metal, the total amount of area occupied by a dimple-like concavity 22 solidified is set to 3 to 25% which is in a face 21 on which the thin strip is in contact with the roll (a roll face) in solidifying. The total amount of area occupied by the dimple-like concavity 22 which is 2000  $\mu$ m or more in one area is 0 to 5%. Further, the ratio d/t of the average depth of the dimple-like concavity solidified (d) to the average thickness of the alloy thin strip (t) is 0.1 to 0.5. As a result, the alloy thin strip can be obtained with superior magnet characteristics.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-54306

(43)公開日 平成11年(1999)2月26日

(51)Int.Cl.\*

H 01 F 1/053  
C 22 C 38/00  
H 01 F 1/08

識別記号

3 0 3

F I

H 01 F 1/04  
C 22 C 38/00  
H 01 F 1/08

H  
3 0 3 D  
A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平9-206846

(22)出願日

平成9年(1997)7月31日

(71)出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社  
東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者 新井 聰

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ  
ーエプソン株式会社内

(72)発明者 加藤 洋

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ  
ーエプソン株式会社内

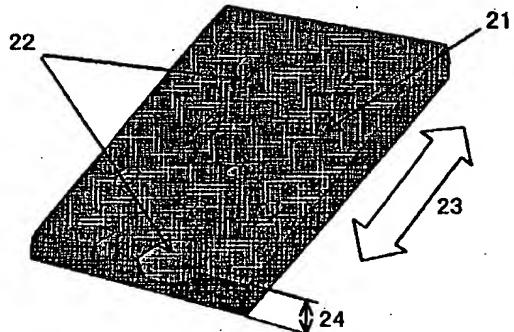
(74)代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)

(54)【発明の名称】 磁石合金薄帯および樹脂結合ボンド磁石

(57)【要約】

【課題】溶湯急冷法によって得られる磁石合金薄帯において安定した磁気特性を確保し、さらにボンド磁石において磁気特性と耐食性に優れた特性を得る。

【解決手段】磁石合金薄帯において、合金薄帯が凝固時に冷却ロールと接触している面(ロール面)に存在するディンプル状凹部(22)の面積率などを規定することにより、安定した磁気特性を達成する。またこのような合金薄帯を粉碎した粉末を使用することにより、磁気特性と耐食性にすぐれたボンド磁石を得る。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の占める面積率が合計して3～25%であることを特徴とする磁石合金薄帯。

【請求項2】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、一つの面積が2000μm<sup>2</sup>以上であるディンプル状凹部の占める面積率が合計して0～5%であることを特徴とする磁石合金薄帯。

【請求項3】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の平均深さ（d）と合金薄帯の平均厚み（t）の比d/tが0.1～0.5であることを特徴とする磁石合金薄帯。

【請求項4】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の占める面積率が合計して3～25%である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後、粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と混合後成形してなることを特徴とする樹脂結合ボンド磁石。

【請求項5】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、一つの面積が2000μm<sup>2</sup>以上であるディンプル状凹部の占める面積率が合計して0～5%である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後、粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と混合後成形してなることを特徴とする樹脂結合ボンド磁石。

【請求項6】R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の平均深さ（d）と合金薄帯の平均厚み（t）の比d/tが0.1～0.5である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後、粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と

混合後成形してなることを特徴とする樹脂結合ボンド磁石。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁石合金薄帯、特に溶湯急冷法により作製された希土類永久磁石合金薄帯、および該合金薄帯から得られる磁石粉末を使用する樹脂結合ボンド磁石に関するものである。

## 【0002】

10 【従来の技術】希土類磁石材料の合金溶湯を金属製の単ロールに噴射し、急冷して合金薄帯を得る製造方法は、特公平3-52528号の4ページ7欄30行～5ページ9欄42行に、石英管に合金インゴットのサンプルを入れてこれを溶解し、その後溶湯を、石英管下部に設けた円孔オリフィスを通して溶湯に対して非常に大きな熱容量を有する金属製の円盤上に一定の速度で噴射して合金薄帯を得ることが記載されている。また、特開昭59-64739号には希土類-遷移金属-B系の磁石組成において、ロールの回転速度が合金薄帯の磁気特性に影響を及ぼす重要な因子であることは報告されている。しかし、合金薄帯の詳細な寸法・形状、表面形態などが磁気特性にどのように影響を及ぼすかは考慮されていなかった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】上述した従来の超急冷法により製造された永久磁石材料は、以下の問題点を有していた。すなわち、

- 1) 合金薄帯を構成するミクロ組織のばらつきが、磁気特性を低下させる。

30 【0004】2) ボンド磁石とした際に、磁石粉末周囲への樹脂の付きまわりが不均一な場合には信頼性、特に耐食性が低下する。

【0005】本発明はこうした従来技術の課題を解決するものであり、特に合金薄帯の冷却が主として行われる、ロールとの接触面（ロール面）の表面形態に着目し、優れた磁石特性を有する合金薄帯を提供することを第1の目的としている。

【0006】さらには、このようにして得られた合金薄帯をそのまま、または熱処理後に粉碎して作製した粉末

40 を樹脂と結合して、磁気特性および信頼性に優れた樹脂結合ボンド磁石を提供することを第2の目的としている。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明の磁石合金薄帯は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の占める面積率が合計して3～25%であることを特徴とする磁石合金薄帯。

占める面積率が合計して3~25%であることを特徴とする。

【0008】また、本発明の磁石合金薄帯は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、一つの面積が2000μm<sup>2</sup>以上であるディンプル状凹部の占める面積率が合計して0~5%であることを特徴とする。

【0009】さらに、本発明の磁石合金薄帯は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られる磁石合金薄帯において、該薄帯が凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の平均深さ（d）と合金薄帯の平均厚み（t）の比d/tが0.1~0.5であることを特徴とする。

【0010】また、本発明の樹脂結合ボンド磁石は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の占める面積率が合計して3~25%である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後、粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と混合後成形してなることを特徴とする。

【0011】また、本発明の樹脂結合ボンド磁石は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、一つの面積が2000μm<sup>2</sup>以上であるディンプル状凹部の占める面積率が合計して0~5%である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と混合後成形してなることを特徴とする。

【0012】さらに、本発明の樹脂結合ボンド磁石は、R-TM-B系（RはNd, Prを主とする希土類元素、TMは遷移金属）の合金溶湯を、回転する金属製のロール上に噴射して該合金溶湯を急冷凝固することにより得られ、凝固時に該ロールと接触していた面（ロール面）に存在する、凝固後のディンプル状凹部の平均深さ（d）と合金薄帯の平均厚み（t）の比d/tが0.1~0.5である磁石合金薄帯を、そのままあるいは熱処理後、粉碎して粉末とし、該粉末を樹脂と混合後成形してなることを特徴とする。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について述べる。

【0014】1) 製造方法の概略（磁石合金薄帯、樹脂結合ボンド磁石）

図1に単ロールを使用した磁石合金薄帯製造装置（超急速冷法）の概略図を示す。これらの装置は真空引きが可能なチャンバー内に設置してある。概略としては、不活性雰囲気中でノズル内に装填した原料または母合金を、ノズルの周囲に巻かれた高周波加熱コイルに通電することにより誘導溶解して合金溶湯とする。なお加熱の手段は高周波加熱に特に限定するものではなく、カーボンヒーターなどの発熱体を周囲に設置する方法によってもよい。その後、該溶湯をノズルの底部に設けたオリフィス（開口部）を通して、るつぼ直下に設置されている高速回転する金属製の単ロール上に噴射させる。噴射された溶湯に対して金属製ロールの熱容量は十分に大きいため、溶湯はロール上で凝固するとともにロール回転方向に延ばされ、合金薄帯（リボン）が形成される。以下にさらに詳細に個々の項目に関して説明する。

【0015】まず、ノズル内に装填するのは、所望の組成（R-TM-B系）となるように秤量した各原料メタルでも良いし、あらかじめ高周波溶解炉などで所望の組成の母合金インゴットを作製し、そこから切り出したサンプルでも良い。またノズルの材質としては石英が好ましいが、高耐熱性のアルミナ、マグネシアなどの他のセラミックス材料でもよい。オリフィス（開口部）は、円孔状、あるいはスリット状が好ましい。ただしスリット形状の場合、スリットの長手方向はなるべくロールの回転方向と直交する方向（薄帯の幅方向）に近いことが好ましい。

【0016】金属製ロールの材質は、十分な熱伝導率を得るために、銅合金、鉄合金、クロム、モリブデンなどが好ましく、さらに耐久性を高めるために耐摩耗性に優れた金属・合金層を設けてもよい。たとえば表面に硬質クロムめっきなどを施してもよい。またロール表面の面粗さも、あまり粗いと合金溶湯とロールの濡れ性が低下してしまうので、あらかじめ研磨紙などで少なくとも平均表面粗さが薄帯の厚みの1/3以下の十分平滑な面に仕上げておく必要がある。

【0017】サンプルの装填、ロールの研磨などのセッティングが終了した後、チャンバー内をまず真空ポンプによって10<sup>-2</sup> torr以下まで排気してから不活性ガスを所望の圧力となるまでチャンバー内に充填する。不活性ガスとしてはAr, Heなどを使用すればよい。

【0018】所望の雰囲気としてからノズルの内容物を溶解し、合金溶湯を得た後、この合金溶湯を底部のオリフィスを介して噴射する。噴射する際には、ノズル中の溶湯上の空間に図1に概略を示したように適当な圧力（P<sub>i</sub>）で不活性ガスを吹き付ける方法が好ましい。具体的にはこのノズル上部に繋がって電磁弁を介して不活性ガスの吐出装置が設けて有り、噴射のタイミングに合

わせて吐出装置内の加圧されたガスが電磁弁の開閉によって吐出されて合金浴湯を噴射させる。実質的な浴湯の噴射圧 $P_i$ は、吐出装置における不活性ガスの圧力と、チャンバー内の雰囲気圧との差圧となる。

【0019】このようにして噴射された合金浴湯はロール上で急冷凝固して合金薄帯が形成される。凝固時の冷却速度はロールの回転数とともに増大するので所望の金属組織を得るために、ロールの回転数を適当にする必要がある。良好な磁気特性を得るために、as-spun（熱処理無し）の状態で良好な磁気特性を得ても良いし、一部または全てをアモルファス組織としてから熱処理を施してもよい。前者の方法では、ロール回転数を最適なものとする必要がある。また後者では、as-spunで最適な特性が得られるロール回転数よりもさらに高い回転数として、as-spunの状態では一部または全部をアモルファス組織とし、その後熱処理を施して結晶化させて磁石特性が得られるようになる。熱処理温度は合金組成によって異なるが、結晶化温度直上から900°Cの範囲とすることが望ましい。結晶化温度よりも低い温度では結晶化は達成されず、900°Cを超える温度となると結晶粒の粗大化が顕著となり、満足な磁気特性は得られない。

【0020】ボンド磁石に供する磁石粉末は、良好な磁石特性が得られる上述のような磁石合金薄帯を粉碎して得る。粉碎時の粉末粒度は、ボンド磁石としての成形性を考慮すれば平均粒度を100μm以下とすればよい。

【0021】こうして得られる粉末を、エポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂、またはナイロン樹脂などの熱可塑性樹脂のいずれかと混合し、成形してボンド磁石を得る。成形方法としては、圧縮成形、射出成形、押し出し成形などが挙げられる。さらに必要に応じて、潤滑材、酸化防止剤などを樹脂とともに少量添加してもよい。

【0022】2) ディンプル状凹部について  
上述したような製造方法で作製される磁石合金薄帯において、該合金薄帯が凝固時に金属製ロールと接触していた面（本発明中ではロール面とする）を走査型電子顕微鏡（SEM）などで観察すると、所々ディンプル状にへこんでいる部分（本発明中ではディンプル状凹部とする）が図2のように観察された。このような部分は主として、浴湯をロール上に噴射して急冷凝固させる際に、ロール上の合金浴湯とロールの間にトラップされた雰囲気の不活性ガスによるものと考えられる。このようなガスの巻き込みは、主としてロールの回転に伴って発生するロール表面近傍のガスの粘性流によるものと考えられる。

【0023】さらに薄帯を折って破断させ、破断面をSEMによって観察すると通常の部分の結晶粒径は数10nmオーダーであったにも関わらず、ディンプル状凹部に隣接した部分の主相結晶粒径は比較的大きく、場所によっては1μmオーダーの粗大な結晶粒の存在が確認され

た。

【0024】合金薄帯のロール面をSEMによって観察した写真から、このディンプル状凹部のトータルの面積がロール面全体の面積に対して占める面積率を画像処理によって測定した。以下に示す本発明の実施例においては、まず数十倍程度の倍率でSEMによって撮影した少なくとも10枚以上の観察写真について、像のコントラストの差を利用してディンプル状凹部を認識し、その面積を画素数に換算して面積率を算出した。そして得られた各写真についての面積率を平均することによって、その合金薄帯の面積率の値とした。

【0025】このようにして得られるディンプル状凹部の面積率と磁石合金薄帯の磁気特性の相関を詳細に調査した。その結果、ディンプル状凹部の面積率が2.5%を超える磁石合金薄帯に於いては、保磁力、角型性、残留磁束密度、いずれも劣化し、非常に低い磁気特性しか得られなかった。また逆に面積率が3%未満の磁石合金薄帯では、ロールとの密着性が高いため急冷凝固したままロールに付着しやすく、磁石合金薄帯の歩留まり（収率）をも低下させる原因となる。さらにロールに付着したまま回転し、その上に新たに浴湯が噴射されてくる場合も起きる。こうして得られた合金薄帯では新たに噴射されて凝固した部分の冷却速度は非常に小さくなるので結晶粒の粗大化を招き、そのため磁気特性も劣化する。

【0026】磁石合金薄帯として上述のような特性を有するため、ボンド磁石を作製する場合にも合金薄帯の磁気特性がそのまま反映されるので、ディンプル状凹部の面積率が3~2.5%の合金薄帯を使用することが望ましい。

【0027】さらに、ロール面に存在するディンブル一つ一つの面積に着目すると、凹部一つの面積が2000μm<sup>2</sup>を超えるディンブルの占める面積率が合計で15%を超えないことが望ましい。上述と同様の画像解析を行った結果、2000μm<sup>2</sup>を超えるディンブル状凹部が存在すると、合金薄帯自体の磁気特性が劣化するだけでなく、ボンド磁石とした時の信頼性にも悪影響を及ぼす。すなわちボンド磁石としたときの耐食性が劣化してしまう。これは磁石粉末と樹脂を混合させた際に、樹脂が面積の大きなディンブル状凹部に偏在してしまい、均一に磁粉をコートすることを阻害するためと考えられる。

【0028】またディンブル状凹部の深さも磁気特性に大きく影響を及ぼす。深さの測定にはレーザー変位計、マイクロメータ、静電容量変位計などを使用すればよい。以下に示す本発明中の実施例においては、レーザー変位計を用いて1ロットの合金薄帯について少なくとも20以上の孤立したディンブル状凹部について、それぞれのディンブル部の縁部と最も深いところの距離の差を深さとし、その平均値を取って平均深さdとした。また合金薄帯の平均厚みtは、薄帯の重量とアルキメデス法

により測定した密度から体積を算出し、これを薄帯の幅（マイクロスコープなどで10点以上測定した値の平均値）および長さで除することにより算出した。

【0029】 $d/t$ が0.5より大きい場合には、合金薄帯の磁気特性の劣化が著しくなる。またボンド磁石として成形した際には空孔率の低減が難しく高密度化が困難になるため特性は低下する。さらにディンプル部分への樹脂のつきまわりが不十分となるため、耐食性にも悪影響を与える。また $d/t$ が0.1未満の場合は合金薄帯とロールの接着性が増すため、面積率が小さい場合（3%未満）と同様の問題が起り、好ましくない。

【0030】次に、こうした表面形態を有する磁石合金薄帯を得るための製造プロセス上のバラメータについて述べる。先に述べたように、不活性ガスの巻き込みの主因はロールの回転に伴って発生するロール近傍の粘性ガス流と考えられる。このためこの粘性流を抑制する方策をとることが望ましい。最も影響が大きいのはチャンバー内の不活性ガス雰囲気圧である。雰囲気圧が低い程、ガスの巻き込みは少なくなり、ディンプル状凹部の面積率は減少する。しかし雰囲気圧を下げすぎると、面積率が本発明の範囲（3%）未満となって上述したような磁気特性の劣化や、合金薄帯製造のばらつきを生じる。また、真空に近い状態での操業となるため、装置上の種々の制約が発生し、装置コストの上昇を招くという問題も発生する。その他に影響を及ぼすバラメータとしては、オリフィスの面積、溶湯温度（粘性）などが挙げられる。

【0031】以下に実施例を挙げながら本発明をさらに\*

| Lot No. | ディンプル状凹部<br>面積率（%） |     | iHc<br>(MA/m) | (BH)max<br>(kJ/m³) |
|---------|--------------------|-----|---------------|--------------------|
| A1      | 2.3                | 比較例 | 0.64          | 38.4               |
| A2      | 3.0                | 本発明 | 0.85          | 124.3              |
| A3      | 7.8                | 本発明 | 0.79          | 140.5              |
| A4      | 11.2               | 本発明 | 0.84          | 138.2              |
| A5      | 19.8               | 本発明 | 0.78          | 135.9              |
| A6      | 25.0               | 本発明 | 0.70          | 125.1              |
| A7      | 27.2               | 比較例 | 0.35          | 81.1               |
| A8      | 35.1               | 比較例 | 0.28          | 52.8               |

【0036】表から明らかなように、ディンプル状凹部の面積率が3～25%の範囲において良好な磁気特性が得られ、この範囲外では磁気特性は劣化した。

【0037】次に表2に示す各組成のインゴットから、\*

\*具体的に述べる。

【0032】（実施例1）純度99.9%以上のNd, Fe, Coの各メタルとFe-B合金（Bが19wt%）をそれぞれ秤量し、高周波誘導溶解炉にてArガス中で溶解・鋳造して、Nd<sub>1.2</sub>Fe<sub>6.1</sub>Co<sub>5</sub>B<sub>5.5</sub>なる組成（組成A）の直径10φの丸棒状の母合金インゴットを得た。

【0033】このインゴットから1ロットにつき約15gのサンプルを切り出して、図1に示したような装置で10合金薄帯を作製した。切り出した各サンプルを底部に0.6mmの円孔オリフィスを設けた石英管に入れ、Ar雰囲気中で加熱コイルに通電することによりサンプルを溶解してから2000rpmで回転する直径200mmの銅ロール上に合金浴湯を噴射して磁石合金薄帯を得た。合金薄帯の製造に際しては、Arガス雰囲気圧、Arガス噴射圧などを変化させて合計8ロットの薄帯を得た。

【0034】得られた8ロットの合金薄帯について、実施の形態の中で既述した要領でSEM写真から画像解析によってロール面に存在するディンプル状凹部の面積率を算出した。さらに合金薄帯の磁気特性を薄帯の長手方向が印加磁場方向となるようにして振動試料型磁力計（VSM）によって最大印加磁場1.44MA/mにて測定した。各ロットについてのディンプル状凹部の面積率および磁気特性の測定結果を表1に示す。

【0035】

【表1】

40※ロール回転数を2000rpmとして、前記と同様にいくつかの合金薄帯を作製した。

【0038】

【表2】

|     |  |
|-----|--|
| 組成A | Nd <sub>1.2</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub> |
| 組成B | Nd <sub>4.5</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub> |
| 組成C | Nd <sub>8.5</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub> |

【0039】各合金薄帯をライカイ機にて粉碎して粉末50gとし、1.8wt%のエポキシ樹脂と混合後、プレス装

置にて6 ton/cm<sup>2</sup>の圧力で成形して10φ×7tのボンド磁石を作製した。得られたボンド磁石の磁気特性を直流自記磁束計により最大印加磁場2MA/mにて測定した。各合金薄帯について測定されたディンプル状凹部の\*

\*面積率と磁気特性を表3に併せて示す。なお、面積率に応じて本発明と比較例の区別を記載した。

【0040】

【表3】

| 組成  | Lot No. |     | 面積率 (%) | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) |
|-----|---------|-----|---------|------------|------------------------------|
| 組成A | BM-A a  | 本発明 | 9.8     | 0.89       | 110.2                        |
|     | BM-A b  | 本発明 | 14.7    | 0.83       | 105.9                        |
|     | BM-A c  | 比較例 | 32.4    | 0.88       | 43.5                         |
| 組成B | BM-B a  | 本発明 | 4.8     | 0.39       | 78.3                         |
|     | BM-B b  | 本発明 | 20.4    | 0.35       | 72.6                         |
|     | BM-B c  | 比較例 | 2.6     | 0.18       | 10.3                         |
|     | BM-B d  | 比較例 | 26.7    | 0.09       | 20.4                         |
| 組成C | BM-C a  | 本発明 | 8.2     | 0.61       | 122.1                        |
|     | BM-C b  | 本発明 | 24.3    | 0.64       | 128.2                        |
|     | BM-C c  | 比較例 | 40.2    | 0.26       | 32.4                         |

【0041】表から明らかなように、ディンプル状凹部の面積率が本発明の範囲にある合金薄帯から作製したボンド磁石で良好な磁気特性を達成することが出来る。

【0042】(実施例2)表2に示した組成Cのインゴットからサンプルを切り出して磁石合金薄帯を作製した。ロール材質、回転数は実施例1と同様とし、他の噴射条件、雰囲気条件などを変化させて合計6ロットの磁石合金薄帯を得た。得られた各々の合金薄帯について、画像解析によって面積が2000μm<sup>2</sup>以上のディンプル状凹部の占める面積率を測定した。

【0043】その後、これらの合金薄帯を粉碎して磁石粉末とし、得られた粉末を1.8wt%のエポキシ樹脂と混合後、6ton/cm<sup>2</sup>の圧力で圧縮成形して、10φ×

※7tのボンド磁石を得た。得られたボンド磁石の磁気特性を直流自記磁束計により最大印加磁場2MA/mにて測定した。さらに、各磁石について60°C 95%RHで500時間までの恒温恒湿試験を行い、耐食性評価を行った。表面における錆の発生の有無を目視により判別した。

【0044】合金薄帯における2000μm<sup>2</sup>以上のディンプル状凹部の面積率、磁気特性、耐食性について得られた結果を表4に併せて示す。なお耐食性の評価は、錆が全く見られなかった磁石は○、発錆の見られたものは×として表に示した。

【0045】

【表4】

| Lot No. | 面積率 (%) | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) | 耐食性 |
|---------|---------|------------|------------------------------|-----|
| BM-C e  | 0       | 0.59       | 121.9                        | ○   |
| BM-C f  | 1.2     | 0.63       | 125.1                        | ○   |
| BM-C g  | 2.8     | 0.65       | 119.2                        | ○   |
| BM-C h  | 5.0     | 0.55       | 120.7                        | ○   |
| BM-C i  | 6.3     | 0.48       | 85.4                         | ×   |
| BM-C j  | 10.2    | 0.24       | 51.3                         | ×   |

【0046】表から明らかなように、面積が2000μm<sup>2</sup>以上のディンプル状凹部の占める面積率が0~5%の合金薄帯から作製したボンド磁石において良好な耐食性と磁気特性を有するボンド磁石が得られた。

【0047】(実施例3)実施例1と同様にしてNd, Fe, Co, Be, Vなる組成(組成D)の直径10φの丸棒状の母合金インゴットを得た。

【0048】このインゴットから1ロットにつき約15gのサンプルを採取し、各サンプルを底部に0.6mmφの円孔オリフィスを設けた石英管に入れてAr雰囲気中で加熱コイルに通電することによりサンプルを溶解してから、4000rpmで回転する直径200mmの銅

ロール上に合金浴湯を噴射して磁石合金薄帯を得た。合金薄帯の製造に際しては、噴射条件、雰囲気条件などを変化させて合計8ロットの合金薄帯を得た。得られた各薄帯について実施の形態の中で既述した方法で平均深さと平均厚みの比d/tを測定した。

【0049】また合金薄帯をX線回折により調査したところ、回折ピークがいずれもプロードとなっており、一部がアモルファス化している組織であることが確認された。これらの薄帯について650°Cで10分間の熱処理をAr中で施してから、VSMにより実施例1と同様に磁気特性を測定した。

【0050】各合金薄帯におけるd/tの値と得られた磁気特性を表5に示す。

【0051】

\* \* 【表5】

| Lot No. | d/t   |     | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) |
|---------|-------|-----|------------|------------------------------|
| D 1     | 0. 05 | 比較例 | 0. 68      | 77. 8                        |
| D 2     | 0. 10 | 本発明 | 0. 81      | 133. 2                       |
| D 3     | 0. 18 | 本発明 | 0. 83      | 136. 0                       |
| D 4     | 0. 28 | 本発明 | 0. 79      | 131. 5                       |
| D 5     | 0. 36 | 本発明 | 0. 82      | 128. 3                       |
| D 6     | 0. 50 | 本発明 | 0. 72      | 125. 1                       |
| D 7     | 0. 55 | 比較例 | 0. 35      | 85. 4                        |
| D 8     | 0. 64 | 比較例 | 0. 28      | 41. 9                        |

【0052】表から明らかなように、d/tが0.1～0.5である合金薄帯において良好な磁気特性を得ることができる。

【0053】また表6に示す各組成のインゴットから、ロール回転数を4000 rpmとし、噴射条件、雰囲気※

※条件などを変化させていくつかの合金薄帯を作製し、各薄帯についてd/tを測定した。

【0054】

【表6】

|     |  |
|-----|--|
| 組成E | Nd <sub>1.8</sub> Fe <sub>6.1</sub> B <sub>5.6</sub> Nb <sub>1.0</sub> |
| 組成F | Nd <sub>9.0</sub> Fe <sub>6.0</sub> B <sub>6.0</sub> Cu <sub>1.0</sub> |

【0055】さらに得られた薄帯について各組成の結晶化温度以上の熱処理温度で10分間の熱処理を施した後、ライカイ機によって粉碎して粉末とし、得られた粉末を1.8wt%のエポキシ樹脂と混合後、6ton/cm<sup>2</sup>の圧力で圧縮成形して、10φ×7tのボンド磁石を得た。作製した各ボンド磁石の磁気特性を直流自記磁束計により最大印加磁場2MA/mにて測定した。また各磁石について60°C 95%RHで500時間までの恒温恒★30

★湿試験を行い、耐食性評価を行った。表面における錆の発生の有無を目視により判別した。

【0056】合金薄帯において測定されたd/t、磁気特性、耐食性について得られた結果を表7に併せて示す。なお耐食性の評価は、錆が全く見られなかった磁石は○、発錆の見られたものは×として表に示した。

【0057】

【表7】

| 組成  | Lot No. |     | d/t   | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) | 耐食性 |
|-----|---------|-----|-------|------------------------------|-----|
| 組成E | BM-E a  | 本発明 | 4. 8  | 65. 0                        | ○   |
|     | BM-E b  | 本発明 | 20. 4 | 68. 2                        | ○   |
|     | BM-E c  | 比較例 | 2. 6  | 39. 8                        | ×   |
|     | BM-E d  | 比較例 | 26. 7 | 41. 2                        | ×   |
| 組成F | BM-F a  | 本発明 | 8. 2  | 120. 7                       | ○   |
|     | BM-F b  | 本発明 | 24. 3 | 118. 3                       | ○   |
|     | BM-F c  | 比較例 | 40. 2 | 50. 1                        | ×   |

【0058】表から明らかなように、d/tが本発明の範囲にある合金薄帯から作製したボンド磁石において良好な耐食性と磁気特性を有するボンド磁石が得られた。

【0059】

【発明の効果】本発明のうち、請求項1～3記載の発明は、磁石合金薄帯がロールと接触していた面(ロール面)の表面形態、特に表面に存在するディンプル状凹部の面積率などを規定することにより、優れた磁石特性を有する合金薄帯を提供することができる。

【0060】さらに、請求項4～6記載の発明は、このようにして得られた合金薄帯をそのまま、または熱処理後に粉碎して作製した粉末を、樹脂と混合後成形することにより、磁気特性および信頼性に優れた樹脂結合ボンド磁石を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】磁石合金薄帯製造装置の概略図。

【図2】磁石合金薄帯の形態を表わす概略図。

50 【符号の説明】

(8)

特開平 11-54306

13

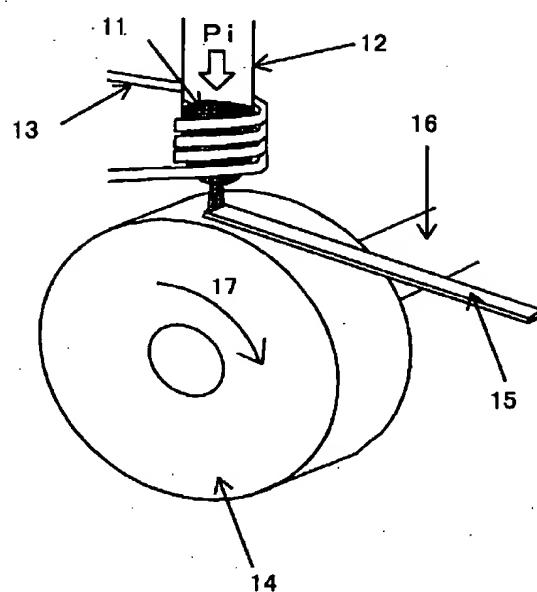
1 1 … 合金溶湯  
 1 2 … ノズル  
 1 3 … 高周波加熱コイル  
 1 4 … 金属製ロール  
 1 5 … 磁石合金薄帯  
 1 6 … ロール回転軸

14

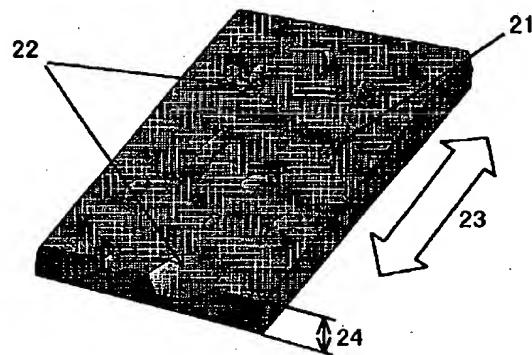
\* 1 7 … ロールの回転方向  
 2 1 … 磁石合金薄帯のロール面  
 2 2 … ディンブル状凹部  
 2 3 … 磁石合金薄帯の長軸方向  
 2 4 … 磁石合金薄帯の厚み方向

\*

【図 1】



【図 2】



## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.  
 2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.  
 3. In the drawings, any words are not translated.

Post heat 0019  
 Powders 100 0020  
 Bonded R 0021  
 Dimples 0022  
 Dimple % 0025  
 Hc (BH)max 0035, 40+, 45

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] In the magnet-alloy thin band obtained by injecting the alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal The magnet-alloy thin band which the rate of area which the dimple-like crevice after solidification where this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification occupies totals, and is characterized by being 3 - 25%.

[Claim 2] In the magnet-alloy thin band obtained by injecting the alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal The magnet-alloy thin band which the rate of area to which this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification, and which one area occupies in the dimple-like crevice in which it is two or more [ 2000-micrometer ] totals, and is characterized by being 0 - 5%.

[Claim 3] In the magnet-alloy thin band obtained by injecting the alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal the ratio of the average depth (d) of the dimple-like crevice after solidification where this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification, and the average thickness (t) of an alloy thin band -- the magnet-alloy thin band characterized by d/t being 0.1-0.5

[Claim 4] The alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) It is obtained by injecting on the rotating metal roll and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. The rate of area which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification and which the dimple-like crevice after solidification occupies totals, and the magnet-alloy thin band which is 3 - 25% Remaining as it is or the resin bond bond magnet which grinds, considers as powder after heat treatment, and carries out mixed postforming of the bird clapper to the feature by using this powder as a resin.

[Claim 5] The alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) It is obtained by injecting on the rotating metal roll and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. The rate of area which the dimple-like crevice in which it is two or more [ 2000-micrometer ] occupies totals, and one area which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification the magnet-alloy thin band which is 0 - 5% Remaining as it is or the resin bond bond magnet which grinds, considers as powder after heat treatment, and carries out mixed postforming of the bird clapper to the feature by using this powder as a resin.

[Claim 6] The alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) It is obtained by injecting on the rotating metal roll and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. the ratio of the average depth (d) of the dimple-like crevice after solidification which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification, and the average thickness (t) of an alloy thin band -- d/t the magnet-alloy thin band which are 0.1-0.5 Remaining as it is or the resin bond bond magnet which grinds, considers as powder after heat treatment, and carries out mixed postforming of the bird clapper to the feature by using this powder as a resin.

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the resin bond bond magnet which uses the magnet powder obtained from a magnet-alloy thin band especially the rare earth permanent magnet alloy thin band produced by the molten-metal quenching method, and this alloy thin band.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] The manufacture method of injecting and quenching the alloy molten metal of rare earth permanent magnet material on a metal single roll, and obtaining an alloy thin band In the - of 30 lines 5 page nine columns of 42 lines of the 4-page seven columns of JP,3-52528,B Injecting at a fixed speed and obtaining an alloy thin band on the disk of the metal which has very big heat capacity to a molten metal through the circular hole orifice which put the sample of an alloy ingot into the quartz tube, dissolved this, and prepared the molten metal in the quartz-tube lower part after that, is indicated. Moreover, in magnet composition of a rare earth-transition-metals-B system, it is reported to JP,59-64739,A that it is the important factor to which the rotational speed of a roll affects the magnetic properties of an alloy thin band. However, it was not taken into consideration how detailed size and configuration of an alloy thin band, a surface gestalt, etc. affect magnetic properties.

#### [0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The permanent magnet material manufactured by the conventional super-quenching method mentioned above had the following troubles. That is, dispersion in the microstructure which constitutes a 1 alloy thin band reduces magnetic properties.

[0004] 2) When it considers as a bond magnet, the resin to the circumference of magnet powder is attached, and when the surroundings are uneven, reliability, especially corrosion resistance fall.

[0005] it requires as the 1st purpose offering the alloy thin band with which this invention solves the technical problem of such conventional technology, and cooling of an alloy thin band is mainly performed especially and which has the outstanding magnet property paying attention to the surface gestalt of the contact surface (roll side) with a roll

[0006] Furthermore, it sets it as the 2nd purpose to combine with a resin the powder which ground and produced the alloy thin band obtained by doing in this way after remaining as it is or heat treatment, and to offer the resin bond bond magnet excellent in magnetic properties and reliability.

#### [0007]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, the magnet-alloy thin band of this invention In the magnet-alloy thin band obtained by injecting the alloy molten metal of a R-TM-B system (the rare earth elements and TM to which R is mainly concerned with Nd and Pr are transition metals) on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal The rate of area which the dimple-like crevice after solidification where this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification occupies totals, and it is characterized by being 3 - 25%.

[0008] moreover, the magnet-alloy thin band of this invention -- a R-TM-B system (the rare earth elements to which R is mainly concerned with Nd and Pr --) In the magnet-alloy thin band obtained by TM's injecting the alloy molten metal of transition metals on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal The rate of area to which this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification and which one area occupies in the dimple-like crevice in which it is two or more [ 2000-micrometer ] totals, and it is characterized by being 0 - 5%.

[0009] furthermore, the magnet-alloy thin band of this invention and a R-TM-B system (the rare earth elements to which R is mainly concerned with Nd and Pr --) In the magnet-alloy thin band obtained by TM's injecting the alloy molten metal of transition metals on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal the ratio of the average depth (d) of the dimple-like crevice after solidification where this thin band exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification, and the average thickness (t) of an alloy thin band -- it is characterized by  $d/t$  being 0.1-0.5

[0010] moreover, the resin bond bond magnet of this invention -- a R-TM-B system (the rare earth elements to which R is mainly concerned with Nd and Pr --) TM is obtained by injecting the alloy molten metal of transition metals on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. the rate of area which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification and which the dimple-like crevice after solidification occupies totals, and it is as it is about the magnet-alloy thin band which is 3 - 25% -- it is -- after heat treatment, it grinds, and considers as powder, and mixed postforming of the bird clapper is carried out to the feature by using this powder as a resin

[0011] moreover, the resin bond bond magnet of this invention and a R-TM-B system (the rare earth elements to which R is mainly concerned with Nd and Pr --) TM is obtained by injecting the alloy molten metal of transition metals on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. The rate of area which the dimple-like crevice in which it is two or more [ 2000-micrometer ] occupies totals, and one area which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification the magnet-alloy thin band which is 0 - 5% It grinds after remaining as it is or heat treatment, and considers as powder, and mixed postforming of the bird clapper is carried out to the feature by using this powder as a resin.

[0012] furthermore, the resin bond bond magnet of this invention and a R-TM-B system (the rare earth elements to which R is mainly concerned with Nd and Pr --) TM is obtained by injecting the alloy molten metal of transition metals on the rotating metal roll, and carrying out the rapid solidification of this alloy molten metal. the ratio of the average depth (d) of the dimple-like crevice after solidification which exists in the field (roll side) which touched this roll at the time of solidification, and the average thickness (t) of an alloy thin band --  $d/t$  the magnet-alloy thin band which are 0.1-0.5 After remaining as it is or heat treatment, it grinds, and considers as powder, and mixed postforming of the bird clapper is carried out to the feature by using this powder as a resin.

[0013]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, the gestalt of operation of this invention is described.

[0014] 1) The outline of the manufacture method (a magnet-alloy thin band, resin bond bond magnet) This schematic drawing of the magnet-alloy thin band manufacturing installation (super-quenching method) which used the single roll for drawing 1 is shown. These equipments are installed in the chamber in which vacuum length is possible. As an outline, by energizing in the high-frequency-heating coil around which it was wound around the nozzle, the guidance dissolution is carried out and let the raw material or hardener with which it loaded into the nozzle in the inert atmosphere be an alloy molten metal. In addition, especially the means of heating is good also by the method of not limiting to high-frequency heating and installing heating elements, such as a carbon heater, in the circumference. Then, it lets the orifice (opening) which prepared this molten metal in the pars basilaris ossis occipitalis of a nozzle pass, and is made to inject on the metal single roll which is installed directly under the crucible and which carries out high-speed rotation. Since the heat capacity of a metal roll is large enough, while solidifying a molten metal on a roll to the injected molten metal, a roll hand of cut extends, and an alloy thin band (ribbon) is formed. Each item is further explained to a detail below.

[0015] First, each raw material metal which carried out weighing capacity is sufficient as what it loads with into a nozzle so that it may become desired composition (R-TM-B system), and the sample which produced the hardener ingot of desired composition and was beforehand started from there with the RF fusion furnace etc. is sufficient as it. Moreover, although a quartz is desirable as the quality of the material of a nozzle, other ceramic material, such as an alumina of high thermal resistance and a magnesia, is sufficient. The shape of the shape of a circular hole and a slit of an orifice (opening) is desirable. However, as for the longitudinal direction of a slit, in the case of a slit configuration, it is desirable that it is close to the direction (cross direction of a thin band) which intersects perpendicularly with the hand of cut of a roll if possible.

[0016] The quality of the material of a metal roll has a copper alloy, an iron alloy, chromium, desirable molybdenum, etc., in order to obtain sufficient thermal conductivity, and in order to raise endurance further, you may prepare a metal and an alloy layer excellent in abrasion resistance. For example, you may give hard

chromium plating etc. to a front face. Moreover, since the wettability of an alloy molten metal and a roll will fall if not much coarse, average surface roughness also needs to make 1/3 or less sufficiently smooth field of the thickness of a thin band beforehand to the field granularity on the front face of a roll at least with abrasive paper etc.

[0017] It is filled up in a chamber after setting of charge of a sample, polish of a roll, etc. is completed and exhausting the inside of a chamber to 10 to 2 or less torrs with a vacuum pump first until it becomes the pressure of a request of inert gas. What is necessary is just to use Ar, helium, etc. as inert gas.

[0018] After considering as a desired atmosphere, dissolving the contents of a nozzle and obtaining an alloy molten metal, this alloy molten metal is injected through the orifice of a pars basilaris ossis occipitalis. In case it injects, the method of spraying inert gas by the suitable pressure ( $P_i$ ), as the outline was shown in drawing 1 between molten-metal absentminded [ in a nozzle ] is desirable. Through a solenoid valve, it is specifically connected with this nozzle upper part, there is [ regurgitation equipment of inert gas prepares, and ], the gas by which it was pressurized in regurgitation equipment according to the timing of injection is breathed out by opening and closing of a solenoid valve, and an alloy molten metal is made to inject. The injection pressure  $P_i$  of a substantial molten metal turns into differential pressure of the pressure of the inert gas in regurgitation equipment, and the ambient pressure in a chamber.

[0019] Thus, the rapid solidification of the injected alloy molten metal is carried out on a roll, and an alloy thin band is formed. The cooling rate at the time of solidification needs to make the rotational frequency of a roll suitable, in order to obtain a desired metal texture, since it increases with the rotational frequency of a roll. You may heat-treat, after obtaining good magnetic properties in the state of as-spun (with no heat treatment) and considering a part or all as an amorphous organization, in order to obtain good magnetic properties. Let a roll rotational frequency be the optimal thing by the former method. Moreover, in the latter, in the state of as-spun, consider a part or all as an amorphous organization, and give the postheat treatment, it is made to crystallize as a rotational frequency still higher than the roll rotational frequency from which the optimal property is acquired by as-spun, and a magnet property is acquired. Although heat treatment temperature changes with alloy composition, it is desirable to consider as the range of 900 degrees C from right above [ crystallization temperature ]. At low temperature, crystallization is not attained rather than crystallization temperature, if it becomes the temperature exceeding 900 degrees C, big and rough-ization of crystal grain will become remarkable, and satisfactory magnetic properties will not be obtained.

[0020] The magnet powder with which a bond magnet is presented grinds the above magnet-alloy thin bands with which a good magnet property is acquired, and is obtained. The powder grain size at the time of trituration should just set average grain size to 100 micrometers or less, if the moldability as a bond magnet is taken into consideration.

[0021] In this way, it mixes with either of thermoplastics, such as thermosetting resin, such as an epoxy resin, or a Nylon, the powder obtained is fabricated, and a bond magnet is obtained. As the forming method, compression molding, injection molding, extrusion molding, etc. are mentioned. Furthermore, you may carry out little addition of lubricant, the antioxidant, etc. with a resin if needed.

[0022] 2) In the magnet-alloy thin band produced by the manufacture method which was mentioned above about the dimple-like crevice, when the field (it considers as a roll side in this invention) where this alloy thin band touched the metal roll at the time of solidification was observed with the scanning electron microscope (SEM) etc., the portion (in this invention, it considers as a dimple-like crevice) cratered in the shape of a dimple in some places was observed like drawing 2. It is thought that it is based on the inert gas of the atmosphere by which the trap was carried out between the alloy molten metal on a roll and the roll mainly in case such a portion injects and carries out the rapid solidification of the molten metal on a roll. It is thought that the contamination of such gas is based on the viscous flow of the gas near the roll front face which occurs mainly with rotation of a roll.

[0023] Although the diameter of crystal grain of the usual portion was several 10nm order when the thin band was made to fold and fracture furthermore and the fracture surface was observed by SEM, the diameter of the main phase crystal grain of the portion which adjoined the dimple-like crevice was comparatively large, and existence of the big and rough crystal grain of 1-micrometer order was checked by some place.

[0024] From the photograph which observed the roll side of an alloy thin band by SEM, a total area of this dimple-like crevice measured the rate of area occupied to the area of the whole roll side by the image processing. In the example of this invention shown below, the rate of area was computed by having recognized

the dimple-like crevice using the difference of the contrast of an image, and having converted the area into the number of pixels about at least ten or more observation photographs first taken by SEM for the about dozens times scale factor. And by averaging the rate of area about each acquired photograph, it is considered as the value of the rate of area of the alloy thin band.

[0025] Thus, the correlation of the rate of area of a dimple-like crevice and the magnetic properties of a magnet-alloy thin band acquired was investigated in detail. Consequently, in the magnet-alloy thin band with which the rate of area of a dimple-like crevice exceeds 25% coercive force, square shape nature, a residual magnetic flux density, and all deteriorated, and only low magnetic properties were obtained very much. Moreover, since adhesion with a roll was high, while the rate of area had carried out rapid solidification with less than 3% of magnet-alloy thin band conversely, it is easy to adhere to a roll, and it becomes the cause of also reducing the yield (yield) of a magnet-alloy thin band. It rotates furthermore adhered to a roll, and when a molten metal is newly injected on it, it occurs. In this way, with the obtained alloy thin band, since the cooling rate of the portion which it was newly injected and was solidified becomes very small, big and rough-ization of crystal grain is caused, therefore magnetic properties also deteriorate.

[0026] Since it has the above properties as a magnet-alloy thin band and the magnetic properties of an alloy thin band are reflected as it is when producing a bond magnet, it is desirable to use the alloy thin band whose rate of area of a dimple-like crevice is 3 - 25%.

[0027] Furthermore, when its attention is paid to the area of dimple each of which exists in a roll side, it is desirable for the rate of area which the dimple to which the area of one crevice exceeds 2 [ 2000-micrometer ] occupies not to exceed 15% in total. If the dimple-like crevice exceeding 2 [ 2000-micrometer ] exists as a result of performing the same image analysis as \*\*\*\*, the magnetic properties of the alloy thin band itself not only deteriorate, but it will have a bad influence on the reliability when considering as a bond magnet. That is, the corrosion resistance when considering as a bond magnet will deteriorate. When this mixes a resin with magnet powder, a resin is unevenly distributed in the dimple-like crevice where area is big, and is considered for checking carrying out the coat of the magnetic powder uniformly.

[0028] Moreover, the depth of a dimple-like crevice also affects magnetic properties greatly. What is necessary is just to use a laser displacement gage, a micrometer, an electrostatic capacitance displacement meter, etc. for measurement of the depth. In the example in this invention shown below, the difference of the distance of a place as deep about at least 20 or more isolated dimple-like crevices as the marginal part of each dimple section was made into the depth about the alloy thin band of one lot using the laser displacement gage, and the average was taken and it was referred to as average depth  $d$ . Moreover, average thickness  $t$  of an alloy thin band computed volume from the density measured by the weight and the Archimedes method of a thin band, and computed it by \*\*(ing) this by the width of face (average of the value measured ten or more points by the microscope etc.) and length of a thin band.

[0029] When  $d/t$  is larger than 0.5, degradation of the magnetic properties of an alloy thin band becomes remarkable. Moreover, since it becomes difficult to decrease [ of a void content ] densification difficult when it fabricates as a bond magnet, a property falls. Since the covering power of the resin to a dimple portion becomes still more inadequate, it has a bad influence also on corrosion resistance. Moreover, since the adhesive property of an alloy thin band and a roll increases when  $d/t$  is less than 0.1, the same problem as the case (less than 3%) where the rate of area is small arises, and it is not desirable.

[0030] Next, the parameter on the manufacture process for obtaining the magnet-alloy thin band which has such a surface gestalt is described. As stated previously, the main factor of the contamination of inert gas is considered to be a viscous gas stream near [ which is generated with rotation of a roll ] the roll. For this reason, it is desirable to take the policy which suppresses this viscous flow. The inert gas ambient pressure in a chamber has the largest influence. The contamination of an ambient pressure of gas decreases like a low, and the rate of area of a dimple-like crevice decreases. However, if an ambient pressure is lowered too much, degradation of magnetic properties which the rate of area becomes under the range (3%) of this invention, and were mentioned above, and dispersion of alloy thin band manufacture will be produced. Moreover, since it becomes operation in the state near a vacuum, the various restrictions on equipment occur and the problem of causing elevation of equipment cost is also generated. In addition, as a parameter which does influence, the area of an orifice, molten-metal temperature (viscosity), etc. are mentioned.

[0031] this invention is described still more concretely, giving an example to below.

[0032] (Example 1) weighing capacity of each metal and the Fe-B alloy (B is 19wt(s)% of Nd, Fe, and Co of

99.9% or more of purity is carried out, respectively, and they are dissolved and cast in a RF guidance fusion furnace in Ar gas -- Nd<sub>12</sub>Fe<sub>11</sub>Co<sub>5</sub>B<sub>5.5</sub> -- the hardener ingot of the shape of the round bar of diameter 10phi of composition (composition A) was obtained

[0033] About 15g [ per one lot ] sample was started from this ingot, and the alloy thin band was produced with equipment as shown in drawing 1. Each started sample was put into the quartz tube which prepared the circular hole orifice of 0.6mphi in the pars basilaris ossis occipitalis, after dissolving the sample by energizing to a heating coil in Ar atmosphere, on the copper roll with a diameter of 200mm which rotates by 2000rpm, the alloy molten metal was injected and the magnet-alloy thin band was obtained. On the occasion of manufacture of an alloy thin band, Ar gas ambient pressure, Ar gas injection pressure, etc. were changed, and the thin band of a total of eight lots was obtained.

[0034] The rate of area of the dimple-like crevice which exists in a roll side by image analysis from a SEM photograph in the way mentioned already in the gestalt of operation about the alloy thin band of eight obtained lots was computed. Furthermore, as the longitudinal direction of a thin band turned into the direction of an impression magnetic field, it measured the magnetic properties of an alloy thin band in maximum impression magnetic field 1.44 MA/m with the oscillating sample type magnetometer (VSM). The rate of area of the dimple-like crevice about each lot and the measurement result of magnetic properties are shown in Table 1.

[0035]

[Table 1]

| Lot No. | タイプ A 状四部面積率 (%) |     | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) |
|---------|------------------|-----|------------|------------------------------|
| A 1     | 2. 3             | 比較例 | 0. 64      | 38. 4                        |
| A 2     | 3. 0             | 本発明 | 0. 85      | 124. 3                       |
| A 3     | 7. 8             | 本発明 | 0. 79      | 140. 5                       |
| A 4     | 11. 2            | 本発明 | 0. 84      | 138. 2                       |
| A 5     | 19. 8            | 本発明 | 0. 78      | 135. 9                       |
| A 6     | 25. 0            | 本発明 | 0. 70      | 125. 1                       |
| A 7     | 27. 2            | 比較例 | 0. 35      | 81. 1                        |
| A 8     | 35. 1            | 比較例 | 0. 28      | 52. 8                        |

[0036] in the range whose rate of area of a dimple-like crevice is 3 - 25%, good magnetic properties obtain so that clearly from a table -- having -- this -- if out of range, magnetic properties deteriorated

[0037] Next, from the ingot of each composition shown in Table 2, some alloy thin bands were produced like the above by setting a roll rotational frequency to 2000rpm.

[0038]

[Table 2]

|      |   |
|------|---|
| 組成 A | Nd <sub>12</sub> Fe <sub>11</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub>  |
| 組成 B | Nd <sub>4.5</sub> Fe <sub>11</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub> |
| 組成 C | Nd <sub>8.5</sub> Fe <sub>11</sub> Co <sub>5</sub> B <sub>5.5</sub> |

[0039] The RAIKAI machine ground each alloy thin band, and it considered as powder, and after mixture with a 1.8wt% epoxy resin, it fabricated with press equipment by the pressure of 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the 10phi x 7t bond magnet was produced. The magnetic properties of the obtained bond magnet were measured in maximum impression magnetic field 2 MA/m with the account fluxmeter of \*\*\*\*\*. The rate of area and magnetic properties of a dimple-like crevice which were measured are collectively shown in Table 3 about each alloy thin band. In addition, according to the rate of area, distinction of this invention and the example of comparison was indicated.

[0040]

[Table 3]

| 組成  | Lot No. |     | 面積率 (%) | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) |
|-----|---------|-----|---------|------------|------------------------------|
| 組成A | BM-A a  | 本発明 | 9. 8    | 0. 89      | 110. 2                       |
|     | BM-A b  | 本発明 | 14. 7   | 0. 83      | 105. 9                       |
|     | BM-A c  | 比較例 | 32. 4   | 0. 88      | 43. 5                        |
| 組成B | BM-B a  | 本発明 | 4. 8    | 0. 39      | 78. 3                        |
|     | BM-B b  | 本発明 | 20. 4   | 0. 35      | 72. 6                        |
|     | BM-B c  | 比較例 | 2. 6    | 0. 18      | 10. 3                        |
|     | BM-B d  | 比較例 | 26. 7   | 0. 09      | 20. 4                        |
| 組成C | BM-C a  | 本発明 | 8. 2    | 0. 61      | 122. 1                       |
|     | BM-C b  | 本発明 | 24. 3   | 0. 64      | 128. 2                       |
|     | BM-C c  | 比較例 | 40. 2   | 0. 26      | 32. 4                        |

[0041] The bond magnet produced from the alloy thin band which has the rate of area of a dimple-like crevice in the range of this invention can attain good magnetic properties so that clearly from a table.

[0042] (Example 2) The sample was started from the ingot of the composition C shown in Table 2, and the magnet-alloy thin band was produced. Material of roll and the rotational frequency presupposed that it is the same as that of an example 1, changed other injection conditions, atmosphere conditions, etc., and obtained the magnet-alloy thin band of a total of six lots. About each obtained alloy thin band, area measured the rate of area which two or more 2000-micrometer dimple-like crevices occupy by image analysis.

[0043] Then, these alloy thin bands were ground, it considered as magnet powder, the obtained powder was pressed by the 1.8wt(s)% epoxy resin and the pressure of after mixture and 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the 10phi x 7t bond magnet was obtained. The magnetic properties of the obtained bond magnet were measured in maximum impression magnetic field 2 MA/m with the account fluxmeter of \*\*\*\*\*. furthermore -- each magnet -- 60-degree-C95%RH -- the constant temperature by 500 hours -- the constant humidity examination was performed and corrosion-resistant evaluation was performed. The existence of generating of the rust in a front face was distinguished by viewing.

[0044] The obtained result is collectively shown in Table 4 about the rate of area of two or more 2000-micrometer dimple-like crevices in an alloy thin band, magnetic properties, and corrosion resistance. In addition, what, as for the magnet with which, as for corrosion resistance evaluation, rust was not seen at all, O and rusting were regarded as was shown in the table as x.

[0045]

[Table 4]

| Lot No. | 面積率 (%) | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) | 耐食性 |
|---------|---------|------------|------------------------------|-----|
| BM-C e  | 0       | 0. 59      | 121. 9                       | O   |
| BM-C f  | 1. 2    | 0. 63      | 125. 1                       | O   |
| BM-C g  | 2. 8    | 0. 65      | 119. 2                       | O   |
| BM-C h  | 5. 0    | 0. 55      | 120. 7                       | O   |
| BM-C i  | 6. 3    | 0. 48      | 85. 4                        | x   |
| BM-C j  | 10. 2   | 0. 24      | 51. 3                        | x   |

[0046] The bond magnet which has good corrosion resistance and good magnetic properties in the bond magnet which area produced from the alloy thin band whose rate of area which two or more 2000-micrometer dimple-like crevices occupy is 0 - 5% was obtained so that clearly from a table.

[0047] (Example 3) The hardener ingot of the shape of the round bar of diameter 10phi of the composition (composition D) which becomes Nd11Febal.C08B6.5V1.5 like an example 1 was obtained.

[0048] After dissolving the sample by extracting about 15g [ per one lot ] sample from this ingot, putting each sample into the quartz tube which prepared the circular hole orifice of 0.6mmphi in the pars basilaris ossis occipitalis, and energizing to a heating coil in Ar atmosphere, on the copper roll with a diameter of 200mm which rotates by 4000rpm, the alloy molten metal was injected and the magnet-alloy thin band was obtained. On the occasion of manufacture of an alloy thin band, injection conditions, atmosphere conditions, etc. were

changed and the alloy thin band of total of eight lots was obtained. the method mentioned already in the gestalt of operation about each obtained \*\*\*\* -- the ratio of the average depth and average thickness -- d/t was measured

[0049] Moreover, when the alloy thin band was investigated according to the X diffraction, each diffraction peak serves as broadcloth and it was checked that a part is the organization which has turned amorphously. After performing heat treatment for 10 minutes in Ar at 650 degrees C about these thin bands, magnetic properties were measured like the example 1 by VSM.

[0050] The value of d/t in each alloy thin band and the obtained magnetic properties are shown in Table 5.

[0051]

[Table 5]

| Lot No. | d / t |     | iHc (MA/m) | (BH)max (kJ/m <sup>3</sup> ) |
|---------|-------|-----|------------|------------------------------|
| D 1     | 0. 05 | 比較例 | 0. 68      | 77. 8                        |
| D 2     | 0. 10 | 本発明 | 0. 81      | 133. 2                       |
| D 3     | 0. 18 | 本発明 | 0. 83      | 136. 0                       |
| D 4     | 0. 28 | 本発明 | 0. 79      | 131. 5                       |
| D 5     | 0. 36 | 本発明 | 0. 82      | 128. 3                       |
| D 6     | 0. 50 | 本発明 | 0. 72      | 125. 1                       |
| D 7     | 0. 55 | 比較例 | 0. 35      | 85. 4                        |
| D 8     | 0. 64 | 比較例 | 0. 28      | 41. 9                        |

[0052] d/t can obtain good magnetic properties in the alloy thin band which are 0.1-0.5 so that clearly from a table.

[0053] Moreover, from the ingot of each composition shown in Table 6, the roll rotational frequency was set to 4000rpm, the alloy thin band of a strut to which injection conditions, atmosphere conditions, etc. are changed was produced, and d/t was measured about each \*\*\*\*.

[0054]

[Table 6]

|     |  |
|-----|--|
| 組成E | N d <sub>1.8</sub> F e <sub>6.1</sub> B <sub>5.5</sub> N b <sub>1.0</sub>  |
| 組成F | N d <sub>9.0</sub> F e <sub>bal.</sub> B <sub>8.0</sub> C u <sub>1.0</sub> |

[0055] After performing heat treatment for 10 minutes at the heat treatment temperature more than the crystallization temperature of each composition about the thin band furthermore obtained, the RAIKAI machine ground, it considered as powder, the obtained powder was pressed by the 1.8wt(s)% epoxy resin and the pressure of after mixture and 6 ton/cm<sup>2</sup>, and the 10phix7t bond magnet was obtained. The magnetic properties of each produced bond magnet were measured in maximum impression magnetic field 2 MA/m with the account fluxmeter of \*\*\*\*\*. moreover -- each magnet -- 60-degree-C95%RH -- the constant temperature by 500 hours -- the constant humidity examination was performed and corrosion-resistant evaluation was performed. The existence of generating of the rust in a front face was distinguished by viewing.

[0056] The obtained result is collectively shown in Table 7 about d/t measured in the alloy thin band, magnetic properties, and corrosion resistance. In addition, what, as for the magnet with which, as for corrosion resistance evaluation, rust was not seen at all, O and rusting were regarded as was shown in the table as x.

[0057]

[Table 7]

| 組成  | Lot No. |     | d / t | (BH) max<br>(kJ/m <sup>3</sup> ) | 耐食性 |
|-----|---------|-----|-------|----------------------------------|-----|
| 組成E | BM-E a  | 本発明 | 4. 8  | 65. 0                            | ○   |
|     | BM-E b  | 本発明 | 20. 4 | 68. 2                            | ○   |
|     | BM-E c  | 比較例 | 2. 6  | 39. 8                            | ×   |
|     | BM-E d  | 比較例 | 26. 7 | 41. 2                            | ×   |
| 組成F | BM-F a  | 本発明 | 8. 2  | 120. 7                           | ○   |
|     | BM-F b  | 本発明 | 24. 3 | 118. 3                           | ○   |
|     | BM-F c  | 比較例 | 40. 2 | 50. 1                            | ×   |

[0058] The bond magnet with which d/t has good corrosion resistance and good magnetic properties in the bond magnet produced from the alloy thin band in the range of this invention was obtained so that clearly from a table.

[0059]

[Effect of the Invention] Invention according to claim 1 to 3 can offer the alloy thin band which has the outstanding magnet property among this inventions by specifying the rate of area of the dimple-like crevice where a magnet-alloy thin band exists in the surface gestalt of the field (roll side) in contact with the roll, especially a front face etc.

[0060] Furthermore, invention according to claim 4 to 6 can offer the resin bond bond magnet excellent in magnetic properties and reliability by carrying out mixed postforming of the powder which ground and produced the alloy thin band obtained by doing in this way after remaining as it is or heat treatment to a resin.

---

[Translation done.]